

⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑰ Anmeldenummer: 84104208.8

⑤① Int. Cl.<sup>2</sup>: **B 01 D 3/00, B 01 J 10/00**

⑱ Anmeldetag: 13.04.84

⑳ Priorität: 21.04.83 DE 3314395

⑦① Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft,**  
**Carl-Bosch-Strasse 38, D-6700 Ludwigshafen (DE)**

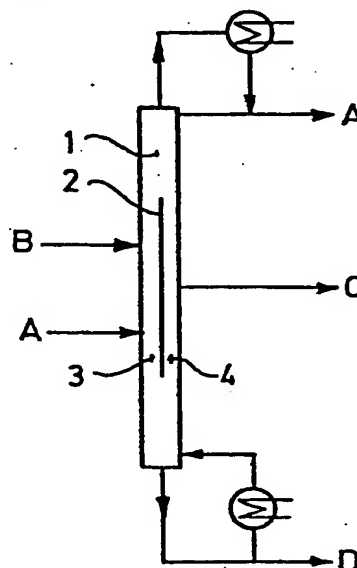
④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung: 28.11.84  
Patentblatt 84/48

②④ Benannte Vertragsstaaten: **BE CH DE FR GB IT LI NL**

⑦② Erfinder: **Kalbel, Gerd, Robert-Bosch-Strasse 4,**  
**D-6840 Lampertheim (DE)**

⑤④ Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne.

⑤⑦ Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne, die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen, die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindern, in einen Reaktionsteil und einen Destillationsteil unterteilt ist, wobei dem Reaktionsteil ein oder mehrere Reaktanden und gegebenenfalls ein Katalysator zugeführt werden und aus dem Destillationsteil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiederfraktionen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder flüssig abgezogen werden.



**EP 0 126 288 A2**

Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne

- 05 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne, die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen, die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise
- 10 verhindern, in einen Reaktionsteil und einen Destillationsteil unterteilt ist.

- Die Durchführung von chemischen Reaktionen in Destillationskolonnen, wobei chemische Reaktionen und destillative Stofftrennung sich überlagern
- 15 und im gleichen Raum nebeneinander ablaufen, ist eine seit langem praktizierte Verfahrensführung. Häufig bietet diese Verfahrensführung Vorteile hinsichtlich Energiebedarf und Investitionskosten im Vergleich zu Verfahrensführungen, bei denen die Reaktion und die destillative Stofftrennung in getrennten Verfahrensschritten, nämlich Reaktion in einem Reaktor und
- 20 anschließende destillative Stofftrennung in einer Destillationskolonne, stattfinden. Beispiele für chemische Reaktionen, die vorteilhaft in Destillationskolonnen durchgeführt werden, sind Veresterungen, Umesterungen und Verseifungen sowie Acetalisierungen und Acetalspaltungsreaktionen. Besonders geeignet sind Destillationskolonnen für Gleichgewichtsreaktionen, bei denen alle Reaktanden ähnliche Siedepunkte aufweisen, die Reaktionsprodukte dagegen wesentlich höher und/oder niedriger siedeten. Jedoch
- 25 auch bei Reaktionen, bei denen dieses optimale Siedeverhalten nicht gegeben ist, können Destillationskolonnen sinnvoll eingesetzt werden, da sie die Verwirklichung des günstigen Gegenstroms der Reaktanden ermöglichen.
- 30 Dadurch ergeben sich höhere Umsätze als für die direkte Vermischung ohne Gegenstrom.

- So kann beispielsweise bei einer Reaktion  $A+B \rightleftharpoons C+D$  (Reaktanden)  $\rightleftharpoons$  C+D (Reaktionsprodukte), der Siedefolge A, C, B, D - nach ansteigenden Siedetemperaturen geordnet - und einem nicht im stöchiometrischen Verhältnis sondern im Überschuß zugefahrenen Reaktand A, aus der Destillationskolonne als Kopfprodukt das Gemisch aus A und C und als Sumpfprodukt D abgezogen werden. Zur destillativen Zerlegung des Kopfproduktes A und C ist eine weitere, nachgeschaltete Destillationskolonne notwendig. Entsprechendes gilt, wenn ein Reaktand die schwerstsiedende Komponente ist. Auch
- 40 hierbei ist bei gleicher Siedefolge wie oben eine zusätzliche Destillationskolonne erforderlich, um den nicht umgesetzten Reaktanden B sowie das Reaktionsprodukt D in reiner Form zu gewinnen. Destillationskolonnen werden selbst in solchen Fällen eingesetzt, wo die Reaktionsprodukte

weder Leichtestsieder noch Schwerstsieder sind. Bei einer Reaktion A+B C+D, der Siedefolge A, C, D, B bedeutet dies, daß hier zwei zusätzliche Destillationskolonnen zur Reinigung der Reaktionsprodukte C und D gebraucht werden. Trotzdem ergeben sich auch hier oft Vorteile gegenüber der Reaktion in einem separaten Reaktor, da die Destillationskolonne die Ausnutzung des Gegenstromprinzips ermöglicht und unter günstigeren Konzentrationsverhältnissen arbeitet.

Dieses wichtige Prinzip der Ausnutzung des Gegenstroms wird jedoch in diesen Fällen durch die Überlagerung von Reaktion und destillativer Trennaufgabe teilweise nachteilig beeinflusst; so führt beispielsweise im zuletzt genannten Fall eine Steigerung der Heizleistung nicht in jedem Fall zu einer Verbesserung des Umsatzes, denn infolge des höheren Rücklaufverhältnisses erfolgt eine stärkere Verdünnung der Reaktanden und des Katalysators in der Reaktionszone.

Diese in der Fachliteratur bislang nicht beachteten Effekte führen beispielsweise in dem Fall der Reaktion A+B C+D, der Siedefolge A, C, B, D und einem im Überschuß gefahrenen Reaktand A, dazu, daß ein bestimmtes Ergebnis der Destillationskolonne hinsichtlich Umsatz und Entnahmekonzentration nicht nur bei einer fest vorgegebenen Heizleistung sondern auch bei einer wesentlich höheren Heizleistung erhalten wird. Es sind zwei verschiedene Betriebszustände möglich. Der Grund für dieses höchst überraschende Verhalten liegt, wie Simulationsrechnungen ergaben, darin, daß sich im einen Fall mit der niedrigeren Heizleistung der Gegenstrom noch gut auswirken kann, während er im anderen Fall durch zu hohe Rückvermischung abgeschwächt wird. Es ist ein mehrfach höherer Energieaufwand erforderlich, um diesen Fehler durch destillatives Anreichern eines Reaktanden wieder zu kompensieren. Hier gehen die Vorteile der Destillationskolonne weitgehend verloren. Aus dem Geschilderten ist zu entnehmen, daß die uneingeschränkte Überlagerung von Reaktion und Destillation nicht in jedem Fall sinnvoll ist.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, durch eine einfache Maßnahme, die variabel den verschiedensten Fällen von Destillationskolonnen angepaßt werden kann, zu erreichen, daß die für die Stofftrennung benötigte Destillationsenergie den Gegenstrom der Reaktanden nicht unnötigerweise über das günstige Maß hinaus beeinflusst. Zusätzlich soll der Nachteil vermieden werden, der dadurch entsteht, daß bei ungünstigem Siedeverhalten von Reaktanden und Reaktionsprodukten zusätzliche Trennkolonnen zur Reinigung der Produktströme erforderlich werden.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß in überraschend einfacher Weise dadurch gelöst, daß dem Reaktionsteil ein oder mehrere Reaktanden und gegebenenfalls ein Katalysator zugeführt werden und aus dem Destillationsteil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiederfraktionen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder flüssig abgezogen werden.

Wie in der Patentanmeldung 33 02 525.8 für den Fall einer einfachen Destillation beschrieben, enthält die Destillationskolonne in Teilbereichen in Längsrichtung wirksame Trennvorrichtungen zur Verhinderung einer Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen.

Ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist in der Zeichnung dargestellt und wird im folgenden näher beschrieben.

Es zeigen:

Figur 1 ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne mit der Reaktion  $A+B \rightarrow C+D$ , Siedefolge A, C, B, D und einem nicht im stöchiometrischen Verhältnis sondern im Überschuß zugeführten Reaktanden A zur destillativen Trennung der Produktströme A, C und D,

Figur 2 ein schematisches Verfahrensfließbild einer Destillationskolonne mit der Reaktion  $A+B \rightarrow C+D$ , Siedefolge A, C, D, B zur destillativen Trennung der Produktströme A, B, C und D.

Gemäß Figur 1 wird eine Kolonne 1 durch eine in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtung 2 unterhalb und oberhalb der Zulaufstellen für die Reaktanden A und B in einen Reaktionsteil 3 und einen Destillationsteil 4 unterteilt. Entsprechend der Siedefolge wird der leichtestsiedende Reaktand A am Kopf und das schwerstsiedende Reaktionsprodukt D am Sumpf der Kolonne entnommen. Da im Destillationsteil 4 die Reaktion unterdrückt ist, ist es möglich, dort das mittelsiedende Reaktionsprodukt C in reiner oder weitgehend reiner Form abzuziehen.

Wie Figur 2 zeigt, ist es bei der gleichen Anordnung auch möglich, bei dem besonders ungünstigen Fall, wenn beide Reaktionsprodukte weder die leichtestsiedende noch die schwerstsiedende Fraktion sind und nach herkömmlicher Verfahrensweise zwei zusätzliche Destillationskolonnen benötigt werden, mit einer Destillationskolonne die gestellte Aufgabe - nämlich die Reaktionsprodukte C und D in reiner Form zu gewinnen - zu lösen; wobei durch eine entsprechende Aufteilung der Flüssigkeits- und Dampf-

ströme auf Reaktions- und Destillationsteil der Gegenstrom optimal zur Wirkung kommt und der Gesamtaufwand verringert werden kann.

- 05 Durch diese Längsunterteilung wird die Möglichkeit geschaffen, einen separaten Kolumenteil zu erhalten, in dem man die Reaktion unter den für sie optimalen Bedingungen hinsichtlich Heizleistung, Rückvermischung und Katalysatorkonzentration ablaufen lassen kann. Der meist nichtflüchtige oder schwerflüchtige Katalysator (z.B. Mineralsäure für Veresterungen, Verseifungen, Acetalbildungen und -spaltungen oder Umacetalisierungen oder Alkoholate für Umesterungen) oder auch leichtflüchtigen Katalysator (beispielsweise Chlorwasserstoff, Ameisensäure) läßt sich entsprechend seinem Siedeverhalten durch die Wahl seiner Zugabestelle gezielt in diesen Destillationskolumenteil - Reaktionsteil - einbringen. Wegen der geringeren Verdünnung des Katalysators in dem Reaktionsteil ergeben sich im allgemeinen Einsparungen hinsichtlich der benötigten Katalysatormengen oder es werden einfachere Kolommeneinbauten möglich, die weniger Verweilzeit für die Flüssigkeit einstellen, z.B. Füllkörperkolonnen anstelle von teureren Glocken- oder Ventilbodenkolonnen. Dies bietet auch Vorteile, wenn die Verweilzeit wegen der Temperaturempfindlichkeit der Produkte möglichst klein sein soll. In dem dem Reaktionsteil gegenüberliegenden Destillationsteil kann die chemische Reaktion verhindert werden, indem der Katalysator aus diesem Bereich ferngehalten wird, was sich entweder infolge seiner Nichtflüchtigkeit oder Leichtflüchtigkeit von selbst ergibt oder aber durch besondere Maßnahmen wie beispielsweise gezielte Zerstörung einer katalysierenden Säure durch Zudosierung einer Lauge im Destillationsteil erzielbar ist und so nur destillative Stofftrennungen ablaufen. Empfindliche Stoffe, die durch den Katalysator leicht geschädigt werden, können aus diesem Teil schonend abgetrennt werden. Die Reaktionszone kann gegebenenfalls bereits im Reaktionsteil gezielt eingegrenzt werden, indem man beispielsweise die Reaktionszone nur auf den Bereich zwischen den Zulaufstellen der Reaktanden beschränkt.
- 10
- 15
- 20
- 25
- 30

- 35 Zur technischen Ausgestaltung der in Längsrichtung wirksamen Trenneinrichtungen kommen, wie in der Patentanmeldung 33 02 525.8 geschildert, mehrere Möglichkeiten in Betracht. Die einfachste Möglichkeit stellen ebene durchgehende Trennbleche dar. Gegebenenfalls können jedoch 2 konzentrische oder nebeneinander angeordnete Destillationskolonnen benutzt werden.

- 40 Die chemische Reaktion kann auch in einer Destillationskolonne stattfinden, bei der zur Erhöhung der Verweilzeit separate Verweilzeitbehälter außerhalb der Destillationskolonne angeordnet werden, in denen die Reaktion gegebenenfalls durch Ionentauscher katalysiert wird.

Einen besonders wertvollen Vorteil bietet die Längsunterteilung der Destillationskolonne gemäß der vorliegenden Erfindung hinsichtlich der Reinheit der entnommenen Produkte.

Patentansprüche

- 05 1. Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeiti-  
ger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktio-  
nen mittels einer Destillationskolonne, die in Teilbereichen durch in  
Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen, die eine Quervermischung  
von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhin-  
10 dern, in einen Reaktionsteil und einen Destillationsteil unterteilt  
ist, dadurch gekennzeichnet, daß dem Reaktionsteil (3) ein oder meh-  
rere Reaktanden und gegebenenfalls ein Katalysator zugeführt werden  
und aus dem Destillationsteil (4) gleichzeitig eine oder mehrere  
Mittelsiederfraktionen, die aus Reaktanden und/oder Reaktionsproduk-  
ten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und  
15 Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder  
flüssig abgezogen werden.
- 20 2. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, dadurch  
gekennzeichnet, daß Reaktionsteil (3) und Destillationsteil (4) ge-  
meinsam in einer Destillationskolonne angeordnet und durch in Längs-  
richtung wirksame Trenneinrichtungen (2) voneinander getrennt sind.
- 25 3. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens gemäß Anspruch 1, dadurch  
gekennzeichnet, daß Reaktionsteil (3) und Destillationsteil (4) teil-  
weise oder über ihre Gesamtlänge als zwei voneinander getrennte De-  
stillationskolonnen ausgeführt sind.

Zeichn.

G126288

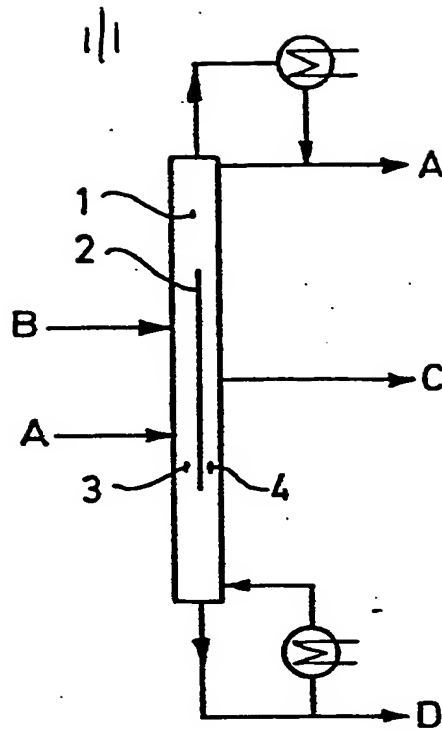


FIG.1

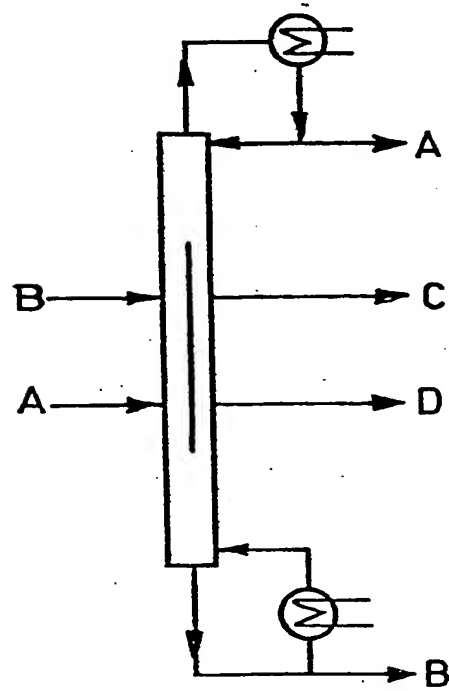


FIG.2



12

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 84104208.8

61 Int. Cl.<sup>4</sup>: **B 01 D 3/00**  
**B 01 J 10/00**

22 Anmeldetag: 13.04.84

30 Priorität: 21.04.83 DE 3314395

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
28.11.84 Patentblatt 84/48

88 Veröffentlichungstag des später  
veröffentlichten Recherchenberichts: 14.08.85

84 Benannte Vertragsstaaten:  
BE CH DE FR GB IT LI NL

71 Anmelder: BASF Aktiengesellschaft  
Carl-Bosch-Strasse 38  
D-6700 Ludwigshafen(DE)

72 Erfinder: Kaibel, Gerd  
Robert-Bosch-Strasse 4  
D-6840 Lampertheim(DE)

54 Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne.

57 Verfahren zur Durchführung von chemischen Reaktionen und gleichzeitiger destillativer Zerlegung eines Produktgemisches in mehrere Fraktionen mittels einer Destillationskolonne (1), die in Teilbereichen durch in Längsrichtung wirksame Trenneinrichtungen (2), die eine Quervermischung von Flüssigkeits- und/oder Brüdenströmen ganz oder teilweise verhindern, in einen Reaktionsteil (3) und einen Destillationsteil (4) unterteilt ist, wobei dem Reaktionsteil ein oder mehrere Reaktanden (A, B) und gegebenenfalls ein Katalysator zugeführt werden und aus dem Destillationsteil gleichzeitig eine oder mehrere Mittelsiaderfraktionen (C, D), die aus Reaktanden und/oder Reaktionsprodukten bestehen können, und die von Verunreinigungen durch Kopf- und Sumpffractionen frei oder weitgehend frei sind, dampfförmig oder flüssig abgezogen werden.

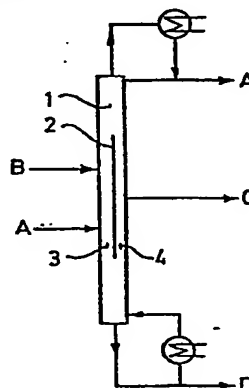


FIG.1



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0126288

Nummer der Anmeldung

EP 84 10 4208

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. <sup>2</sup> )
A	US-A-2 471 134 (R.O. WRIGHT) * Figur 1 *	1,2	B 01 J 19/24 B 01 D 3/14 B 01 J 10/00
A	--- US-A-4 230 533 (V.A. GIROUX) * Anspruch 12; Figur 1 *	1,2	
A	--- DE-A-2 809 941 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) * Anspruch 1; Figur 1 *	1,2	
A	--- GB-A- 819 102 (STAUFFER CHEMICAL) * Figur 1 *	1	
	-----		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. <sup>2</sup> )
			B 01 D 1/00 B 01 D 1/30 B 01 D 3/00 B 01 D 3/14 B 01 D 3/16 B 01 D 3/28 B 01 J 8/18 B 01 J 8/22 B 01 J 10/00 B 01 J 19/24
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 26-04-1985	KUEHN P Prüfer
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTEN</b> X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze			
E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument  & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, überein- stimmendes Dokument			



Consumer and  
Corporate Affairs Canada

Consommation  
et Corporations Canada

1 242 309

(11) (A) No.

(45) ISSUED 880927

(52) CLASS 23-362  
C.R. CL. 202-92

(51) INT. CL. B01D 3/00<sup>4</sup>

(19) (CA) **CANADIAN PATENT** (12)

(54) Carrying Out Chemical Reactions and Simultaneously  
Separating a Product Mixture Into Several Fractions  
by Means of a Distillation Column

(72) Kaibel, Gerd,  
Germany (Federal Republic of)

(73) Granted to BASF Aktiengesellschaft  
Germany (Federal Republic of)

(21) APPLICATION No. 452,048

(22) FILED 840416

(30) PRIORITY DATE Germany (Federal Republic of)  
(P 33 14 395.1) 830421

NO. OF CLAIMS 4

**Canada**

DISTRIBUTED BY THE PATENT OFFICE, OTTAWA  
CCA-274 (11-82)

Abstract of the Disclosure: A chemical reaction is carried out and at the same time a product mixture is separated into several fractions by means of a distillation column which, in parts, is divided into a reaction

- 5 section and a distillation section by separating units which are effective in the longitudinal direction and completely or partly prevent cross-mixing of liquid and/or vapor streams, by a method in which one or more reactants and, where relevant, a catalyst are fed into the reaction
- 10 section, and at the same time one or more medium-boiling fractions, which can consist of reactants and/or reaction products and are free, or substantially free, from contamination by top and bottom fractions, are taken off in vapor or liquid form from the distillation section.

Carrying out chemical reactions and simultaneously  
separating a product mixture into several fractions by  
means of a distillation column

The present invention relates to a method of  
5 carrying out chemical reactions and simultaneously separat-  
ing a product mixture into several fractions by means of  
a distillation column which, in parts, is divided into a  
reaction section and a distillation section by separating  
units which are effective in the longitudinal direction  
10 and completely or partly prevent cross-mixing of liquid  
and/or vapor streams.

Carrying out chemical reactions in distillation  
columns so that the reaction and separation of substances  
by distillation are overlapping steps taking place side  
15 by side in the same space is a procedure which is well  
established in practice. Frequently, this procedure has  
advantages with regard to energy requirement and capital  
costs in comparison with procedures in which the reaction  
and the separation by distillation take place in separate  
20 process steps, ie. the reaction taking place in a reactor  
and the separation of substances taking place in a down-  
stream distillation column. Examples of chemical reac-  
tions which are advantageously carried out in distillation  
columns are esterifications, transesterifications, hydro-  
25 lyses, acetalization and acetal cleavage reactions.  
Particularly suitable distillation columns are those used  
for equilibrium reactions in which all of the reactants  
have similar boiling points while the reaction products  
boil at substantially higher and/or lower temperatures.  
30 However, even in the case of reactions where this optimum  
boiling behavior is not exhibited, distillation columns  
can be reasonably employed since they permit the advan-  
tageous counter-current flow of the reactants to be  
realized. This results in higher conversions than in the  
35 case of direct mixing without counter-current flow.

For example, in a reaction  $A+B$  (reactants)  $\rightleftharpoons$



C+D (reaction products), where the boiling sequence in order of increasing boiling points is A, C, B, D and reactant A is introduced in excess instead of in a stoichiometric amount, a mixture of A and C can be taken off from the distillation column as a top product, while D can be taken off as a bottom product. A further, downstream distillation column is necessary for separating the top products A and C. The same applies when one reactant is the highest boiling component. In this case too, and for the same boiling sequence as above, an additional distillation column is required in order to obtain the unreacted reactant B and the reaction product D in pure form. Distillation columns are used even where the reaction products are neither the lowest boiling nor the highest boiling fraction. In a reaction  $A+B \rightleftharpoons C+D$ , where the boiling sequence is A, C, D, B, this means that two additional distillation columns are needed in order to purify the products C and D. Nevertheless, in this case too there are often advantages over a reaction in a separate reactor, since the distillation column makes it possible to utilize the counter-current principle and functions under more advantageous concentration conditions.

In these cases, however, the important principle of utilizing counter-current flow is adversely affected by the overlap of reaction and separation by distillation; for example, in the last-mentioned case, increasing the heat input does not always result in an improvement in the conversion, since, as a result of the higher reflux ratio, the reactants and the catalyst in the reaction zone are diluted to a greater extent.

For example, in the case of the reaction  $A+B \rightleftharpoons C+D$ , where the boiling sequence is A, C, B, D and reactant A is introduced in excess, these effects, of which to date no account has been taken in the specialist literature, have the consequence that a particular result obtained in a distillation column in respect of conversion and take-off concentration is achieved for not only a fixed, pre-

determined heat input but also a substantially higher heat input. Two different operating states are possible. Simulation calculations have shown that the reason for this very surprising behavior is that in the case where the heat input is lower the counter-current flow can still be very effective, whereas in the other case it is weakened by excessive back-mixing. The energy input has to be increased several-fold in order to compensate for this deficiency by concentrating a reactant by distillation column are substantially lous. From the statements above, it can be seen that unrestricted overlap of reaction and distillation is not reasonable in every case.

It is an object of the present invention to employ a simple measure, which can be varied to suit a very large variety of distillation columns, to ensure that the distillation every required for the separation of substances does not have an unnecessarily pronounced adverse effect on the counter-current flow of the reactants. Furthermore, it is intended to avoid the disadvantage arising from the need for additional separation columns for purifying the product streams when the reactants and the reaction products exhibit disadvantageous boiling behavior.

In accordance with the invention, it has been have found that this object is achieved by a method of carrying out a chemical reaction and simultaneously separating a product mixture into several fractions by means of a distillation column which, in parts, is divided into a reaction section and a distillation section by separating units which are effective in the longitudinal direction and completely or partly prevent cross-mixing of liquid and vapor streams, wherein one or more reactants are fed into the reaction section, and at the same time one or more medium-boiling

fractions, which consist of reactants and reaction products and are free, or substantially free, from contamination by top and bottom fractions, are taken off in vapor or liquid form from the distillation section.

5

If desired, a catalyst may optionally be fed into the reaction section.

10

For the case of a simple distillation, the distillation column contain, in parts, separating units which are effective in the longitudinal direction and are intended to prevent cross-mixing of liquid and/or vapor streams. \_\_\_\_\_

---

A



An embodiment of the invention is shown in the drawing, and is described in detail below.

Figure 1 shows a flow diagram of a distillation column for the reaction  $A+B \rightleftharpoons C+D$  (boiling sequence A, C, B, D; reactant A introduced in excess), where the product streams A, C and D are obtained by distillation.

Figure 2 shows a flow diagram of a distillation column for the reaction  $A+B \rightleftharpoons C+D$  (boiling sequence A, C, D, B), where the product streams A, B, C and D are obtained by distillation.

In Figure 1, a column 1 is divided, above and below the feed points for the reactants A and B, into a reaction section 3 and a distillation section 4 by a separating unit 2 which is effective in the longitudinal direction. In accordance with the boiling sequence, the lowest boiling reactant A is taken off at the top, and the highest boiling reaction product D is taken off at the bottom of the column. The reaction is suppressed in the distillation section 4, and it is therefore possible to take off the medium-boiling product C in pure or substantially pure form from this section.

As shown in Figure 2, it is also possible with the same arrangement to use a single distillation column to achieve the envisaged object, ie. to obtain the reaction products C and D in pure form, for the particularly unfavorable case where the two products are neither the lowest boiling nor the highest boiling fraction and conventional procedures require the use of two additional distillation columns. By appropriately dividing the liquid and vapor streams between the reaction section and the distillation section, the counter-current principle is optimally effective and the overall expense can be reduced.

This longitudinal partition makes it possible to obtain a separate column section in which the reaction can take place under the optimum conditions in respect of heat consumption, back-mixing and catalyst concentration. The catalyst, which is generally non-volatile or of low

volatility (eg. mineral acids for esterifications, hydrolyses, acetal formation, acetal cleavage or transacetalization, or alcoholates for transesterifications) but may also be highly volatile (eg. hydrogen chloride or formic acid)

5 can be introduced into this part of the distillation column, ie. the reaction section, in a selective manner by appropriately choosing its feed point in accordance with its boiling behavior. Because the catalyst in the reaction section is less dilute, smaller amounts of catalyst are generally required, or it is possible for the  
10 column to have simpler baffles which require a shorter residence time for the liquid, eg. packed columns instead of more expensive bubble tray columns or valve tray columns. This also has advantages when the residence time  
15 is to be kept very short because of the thermal sensitivity of the products. The chemical reaction can be prevented in the distillation section opposite the reaction section by keeping the catalyst out of this area; this either results automatically because the catalyst is non-  
20 volatile or of high volatility, or can be achieved in the distillation section by special measures, eg. deliberately destroying a catalytic acid by metering in an alkali, so that the only step taking place is the separation of substances by distillation. Sensitive substances which are  
25 readily affected by the catalyst can be removed from this section in a mild manner. If desired, the reaction zone can be deliberately restricted even within the reaction section by, for example, limiting this zone to only the region between the feed points for the reactants.

30

There are several possible embodiments of the separating units which are effective in the longitudinal direction. The simplest of these is a flat, continuous separating sheet, but 2 concentric distillation columns or two such  
35 columns arranged side by side can, if desired, also be used.

The chemical reaction may also take place in a

distillation column in which the residence time is increased by means of separate delay tanks which are located outside the distillation column and in which the reaction is, if required, catalyzed by an ion exchanger.

5

The longitudinal partition of the distillation column according to the present invention is particularly advantageous with respect to the purity of the products taken off.

1242309

The embodiments of the invention in which an exclusive property or privilege is claimed are defined as follows:

1. A method of carrying out a chemical reaction and simultaneously separating a product mixture into several fractions by means of a distillation column which, in parts, is divided into a reaction section and a distillation section by separating units which are effective in the longitudinal direction and completely or partly prevent cross-mixing of liquid and vapor streams, wherein one or more reactants are fed into the reaction section, and at the same time one or more medium-boiling fractions, which consist of reactants and reaction products and are free, or substantially free, from contamination by top and bottom fractions, are taken off in vapor or liquid form from the distillation section.

2. A method as claimed in claim 1, wherein a catalyst is also fed into the reaction section.

3. Apparatus for carrying out the method as claimed in claim 1 or 2, wherein the reaction section and the distillation section are located in a single distillation column and are separated from one another by separating units which are effective in the longitudinal direction.

4. Apparatus for carrying out the method as claimed in claim 1 or 2, wherein the reaction section and the distillation section, in part or over their entire length, are designed as two distillation columns separated from one another.



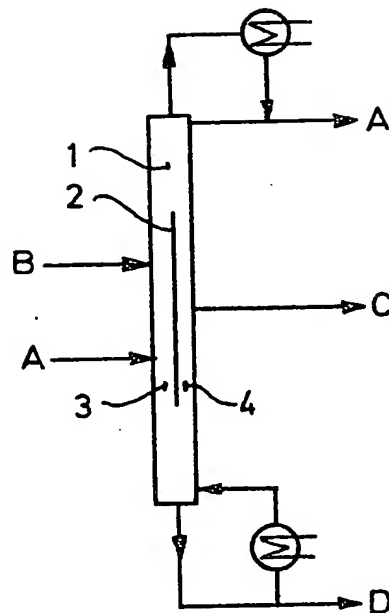


FIG.1

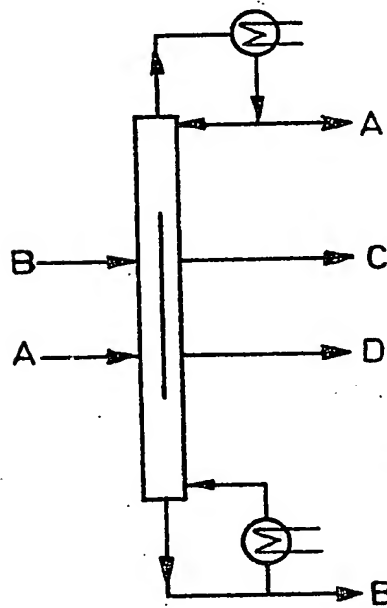


FIG.2

*[Signature]*  
0050 / 36 479 Patent Agents